Partial Translation of JP 2001-201631

Publication Date: July 27, 2001

Application No.: 2000-7674

Filing Date: January 17, 2000

Applicant: KONISHIROKU PHOTO IND

Inventor: Toru KOBAYASHI

Inventor: Koichi NAGAYASU

Inventor: Takashi MURAKAMI

## [0130]

[Composition A for an intermediate refractive-index layer]

titanium-tetra-n-butoxide	30 g
diethoxy-benzophenone (UV-initiator)	0.1 g
$\verb \gamma-methacryloxy-propyltrimethoxy-silane  \\$	5 g
cyclohexanone	1400 g
isopropyl-alcohol	3500 g

Next, a composition B for a high refractive-index layer having the following composition was coated on the intermediate refractive-index layer, and dried for 5 minutes at 80°C. Subsequently, it was irradiated with light of 3 kw of a high-pressure mercury-vapor lamp for 10 seconds at a distance 25 cm apart from, and hardened, thus a high refractive-index layer was provided. In addition, the thickness of the high refractive-index layer was 85 nm and the refractive index of the high refractive-index layer was 1.90.

 $[013\dot{1}]$ 

[Composition B for a high refractive index layer]

titanium-tetra-n-butoxide	75 g
tetra-ethoxy-silane	8.3 g
surfactant	1 g
(F-177 made by Dainippon Ink and Chemicals, Inco	orporated)
cyclohexanone	2500 g
toluene	5700 g

After that, a monomer composition containing fluorine having the following composition was coated on the high refractive-index layer, and dried for 5 minutes at 80°C. Subsequently, it was irradiated with light of a high-pressure mercury-vapor lamp for 10 seconds from a distance of 25 cm apart from, and hardened, thus, a low refractive-index layer was provided. In addition, the thickness of the low refractive-index layer was 90 nm and the refractive index of the low refractive-index layer was 1.37.

#### (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-201631 (P2001-201631A)

(43)公開日 平成13年7月27日(2001.7.27)

(51) Int.Cl.7		識別記号	FΙ			テーマコード(参考)
G 0 2 B	5/30		G 0 2 B	5/30		2H049
G 0 2 F	1/1335	510	G 0 2 F	1/1335	510	2H091
// B 3 2 B	7/02	104	B 3 2 B	7/02	104	4F100

## 審査請求 未請求 請求項の数15 OL (全 30 頁)

(21)出願番号	特願2000-7674(P2000-7674)	(71)出顧人	000001270
			コニカ株式会社
(22)出願日	平成12年1月17日(2000.1.17)		東京都新宿区西新宿1丁目26番2号
		(72)発明者	小林 徹
			東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会
			社内
		(72)発明者	永安 浩一
			東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会
			社内
		(72)発明者	村上 隆
		(12/)2/14	東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会
			社内
			TTY 1
			具数百)~钟之
		i	最終頁に続く

### (54) 【発明の名称】 偏光板用保護フィルム及びそれを用いる偏光板

## (57)【要約】

【課題】 優れた帯電防止能を有し、且つ、PVA偏光 子膜との接着性が良好な偏光板用保護フィルム及びそれ を用いることにより、液晶異常表示のない偏光板を提供 する。

【解決手段】 樹脂フィルム上に、導電性材料を含有する導電性層を有する偏光板用保護フィルムにおいて、該導電性層の表面比抵抗が $10^{"}$   $\Omega$ /c m (23%、55% RH)以下であり、且つ、該導電性層が易接着機能を有することを特徴とする偏光板用保護フィルム。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 樹脂フィルム上に、導電性材料を含有する導電性層を有する偏光板用保護フィルムにおいて、該 導電性層の表面比抵抗が10<sup>™</sup> Ω/c m (23℃、55% RH)以下であり、且つ、該導電性層が易接着機能を 有することを特徴とする偏光板用保護フィルム。

【請求項2】 導電性層が親水性高分子化合物(a)の少なくとも1種を含有する層(1)、またはゼラチンまたはゼラチン誘導体の少なくとも1種とセルロースエス\* 一般式[1]

\* テルを含有する層(2)を有し、且つ、導電性材料が該層(1)または該層(2)に含有されることを特徴とする請求項1に記載の偏光板用保護フィルム。

【請求項3】 樹脂フィルムの少なくとも片面に下記一般式〔1〕または〔2〕で表される-COOM基含有高分子化合物、親水性高分子化合物(a)、ゼラチンまたはゼラチン誘導体を含有する層を有することを特徴とする請求項1または2に記載の偏光板用保護フィルム。

【化1】

[式中、Aはビニル単量体が重合して生成する繰り返し 20 単位、Bは水素原子、一CO一OMまたは一CO一Rを 表し、Mは水素原子またはカチオンを表し、z=0のと き、Bは水素原子である。Rは-O-R'または-N (R') (R") を表し、ここでR' はアルキル基、ア ラルキル基、アリール基、複素環残基またはR"と共同 して複素環を形成するに必要な非金属原子を表し、R" は水素原子、低級アルキル基またはR'と共同して複素 環を形成するに必要な非金属原子を表し、R1及びR2は 各々、水素原子または低級アルキル基を表し、Xは-C O-O-または-O-CO-を表し、R<sub>3</sub>はハロゲン置 換アルキル基またはハロゲン置換アルキルオキシアルキ ル基を表し、m、p、q、r、x、y及びzは各々、各 単量体のモル%を示す値であって、m及び x は各々、0 ~60、p、q、r、x、y及びzは各々、0~100 であり、m+p+q+r=100、x+y+z=100である。〕

【請求項4】 親水性高分子化合物(a)がポリビニルアルコール誘導体、親水性セルロース誘導体または天然高分子であることを特徴とする請求項2または3に記載の偏光板用保護フィルム。

【請求項5】 導電性材料がイオン性高分子化合物を主成分とする請求項1から4のいずれか1項に記載の偏光板用保護フィルム。

【請求項6】 導電性材料がSn、Ti、In、Al、Zn、Si、Mg、Ba、Mo、W及びVからなる群から選ばれた元素を主成分として含有し、且つその体積抵抗率が $10^{7}\Omega$ ・cm以下である金属酸化物であることを特徴とする請求項 $1\sim 5$  のいずれか1 項に記載の偏光板用保護フィルム。

【請求項7】 金属酸化物の一次粒子サイズが0.2 μ 50 徴とする請求項1~12のいずれか1項に記載の偏光板

20 m以下であることを特徴とする請求項6に記載の偏光板 用保護フィルム。

【請求項8】 導電性層が平均粒径が5.0μm以下の 微粒子を含有していることを特徴とする請求項1~7に 記載の偏光板用保護フィルム。

【請求項9】 樹脂フィルム上に導電性層を有する面のもう一方の面上に、カール防止層を有し、且つ、該カール防止層が溶剤を含む組成物から成ることを特徴とする請求項1~8のいずれか1項に記載の偏光板用保護フィルム。

0 【請求項10】 層(1)または層(2)が架橋剤を含 有することを特徴とする請求項2~9のいずれか1項に 記載の偏光板用保護フィルム。

【請求項11】 樹脂フィルム上に導電性層を有する面のもう一方の面上に、親水性高分子化合物(a)の少なくとも一種を含有する層またはゼラチンまたはゼラチン誘導体の少なくとも1種とセルロースエステルを含有する層を有することを特徴とする請求項1~10のいずれか1項に記載の偏光板用保護フィルム。

【請求項12】 親水性高分子化合物(a)がポリビニ40 ルアルコール誘導体、親水性セルロース誘導体または天然高分子であり、且つ、セルロースエステルがセルローストリアセテート、セルロースジアセテート、セルロースアセテートプチレートである事を特徴とする請求項2、3、4または11に記載の偏光板用保護フィルム。

【請求項13】 樹脂フィルムがセルロースエステルフィルム、ポリカーボネートフィルム、ポリエステルフィルムまたはポリアクリレートフィルムであり、且つ、該樹脂フィルムの光線透過率が85%以上であることを特徴とする請求項1~12のいずれか1項に記載の偏光板

用保護フィルム。

【請求項14】 樹脂フィルムがセルロースエステルを含むことを特徴とする請求項1~13のいずれか1項に記載の偏光板用保護フィルム。

【請求項15】 請求項1~14のいずれか1項に記載の偏光板用保護フィルムを用いたことを特徴とする偏光板。

## 【発明の詳細な説明】

## [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は偏光板用保護フィル 10 ム及びそれを用いる偏光板に関する。

## [0002]

【従来の技術】染色一軸延伸されたポリビニルアルコール膜(PVA膜)の偏光子に、セルローストリアセテートフィルムを保護フィルムとして貼り合わせた偏光板は、広く液晶表示素子として、パソコンや液晶テレビ、電卓や電化製品、時計等の表示部、自動車のナビゲーター等の高精細表示体に広く利用されている。

【0003】最も広く保護フィルムとして使用されているセルローストリアセテートフィルムの場合、予めアル 20カリ液で表面のケン化処理を行い、しかる後にポリビニルアルコール系接着剤等で積層し偏光フィルムとしている。しかし、上記アルカリ処理は高濃度アルカリ液を使用するため、作業安全上又環境保全の上で好ましくなく、更にアルカリ処理によって、可塑剤のブリードアウトや、ヘイズが高くなるなど品質を落とすおそれがある。又、アルカリ処理の前に帯電防止加工や、ハードコート加工更には反射防止加工などの機能性付与の加工を行うと、アルカリ処理によってその効果が減殺されるため、保護フィルムの機能性付与はアルカリ処理後に限定 30される等の問題がある。

【0004】一方、特開平6-94915号、同6-118232号、同7-333436号にはアルカリ処理を施さなくて良い偏光板用保護フィルムの作製について記載されている。即ち、偏光子と接着される面にある種の親水性高分子化合物を含有する層を設ける方法である。しかし、これは表面比抵抗値が高く、偏光板製造工程において、偏光板用保護フィルムが静電気を帯びやす\*一般式〔1〕

\* くゴミやフィルムの切り粉等が保護フィルム表面に付着 しやすく、偏光子と貼合せた時、異物欠陥として視認性 を損なうことがあった。

【0005】又、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて偏光子と貼合する際、双方の界面において、微細な泡が発生したりして貼合面に微細な異物状故障となって現れることが分かった。これらの欠陥は、視認性を大いに損なうとともに偏光板製造工程において、著しく収率をおとすことが判った。これらを改善することが大きな課題であり、その課題の解決が要望されていた。

### [0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、優れた帯電防止能を有し、且つ、PVA偏光子膜との接着性が良好な偏光板用保護フィルム及びそれを用いることにより、液晶異常表示のない偏光板を提供することである。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】本発明の上記目的は下記 の項目1~15によって達成された。

【0008】1. 樹脂フィルム上に、導電性材料を含有する導電性層を有する偏光板用保護フィルムにおいて、該導電性層の表面比抵抗が10°Ω/cm(23℃、55%RH)以下であり、且つ、該導電性層が易接着機能を有することを特徴とする偏光板用保護フィルム。

【0009】2. 導電性層が親水性高分子化合物(a)の少なくとも1種を含有する層(1)、またはゼラチンまたはゼラチン誘導体の少なくとも1種とセルロースエステルを含有する層(2)を有し、且つ、導電性材料が該層(1)または該層(2)に含有されることを特徴とする前記1に記載の偏光板用保護フィルム。

【0010】3. 樹脂フィルムの少なくとも片面に下記一般式〔1〕または〔2〕で表される-COOM基含有高分子化合物、親水性高分子化合物(a)、ゼラチンまたはゼラチン誘導体を含有する層を有することを特徴とする前記1または2に記載の偏光板用保護フィルム。

## [0011]

### 【化2】

- (A)<sub>m</sub> (CH CH)<sub>p</sub> (CH CH)<sub>q</sub> (CH CH)<sub>r</sub>
C=0 C=0 C=0 C=0

R OM OM OM

- 般式 [2]
- (A)<sub>x</sub> (C CH)<sub>y</sub> (C CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>
C=0 B X
OM R<sub>3</sub>

【0012】式中、Aはビニル単量体が重合して生成す CO-Rを表し、Mは水素原子またはカチオンを表し、る繰り返し単位、Bは水素原子、-CO-OMまたは-50 z=0のとき、Bは水素原子である。Rは-O-R ま

【0013】4. 親水性高分子化合物(a)がポリビニルアルコール誘導体、親水性セルロース誘導体または天然高分子であることを特徴とする前記2または3に記載の偏光板用保護フィルム。

【0014】5. 導電性材料がイオン性高分子化合物を 主成分とする前記1から4のいずれか1項に記載の偏光 板用保護フィルム。

【0015】6. 導電性材料がSn、Ti、In、A 1、Zn、Si、Mg、Ba、Mo、 $W及びVからなる群から選ばれた元素を主成分として含有し、且つその体積抵抗率が<math>10^{7}\Omega$ ・cm以下である金属酸化物であることを特徴とする前記 $1\sim 5$ のいずれか1項に記載の偏光板用保護フィルム。

【0016】7. 金属酸化物の一次粒子サイズが0.2 μm以下であることを特徴とする前記6に記載の偏光板用保護フィルム。

【0017】8. 導電性層が平均粒径が5. 0μm以下の微粒子を含有していることを特徴とする前記1~7に記載の偏光板用保護フィルム。

【0018】9. 樹脂フィルム上に導電性層を有する面のもう一方の面上に、カール防止層を有し、且つ、該カール防止層が溶剤を含む組成物から成ることを特徴とする前記1~8のいずれか1項に記載の偏光板用保護フィルム。

【0019】10.層(1)または層(2)が架橋剤を 含有することを特徴とする前記2~9のいずれか1項に 記載の偏光板用保護フィルム。

【0020】11. 樹脂フィルム上に導電性層を有する面のもう一方の面上に、親水性高分子化合物(a)の少なくとも一種を含有する層またはゼラチンまたはゼラチン誘導体の少なくとも1種とセルロースエステルを含有する層を有することを特徴とする前記1~10のいずれか1項に記載の偏光板用保護フィルム。

【0021】12. 親水性高分子化合物(a)がポリビニルアルコール誘導体、親水性セルロース誘導体または天然高分子であり、且つ、セルロースエステルがセルローストリアセテート、セルロ 50

ースアセテートプロピオネートまたはセルロースアセテートブチレートである事を特徴とする前記2、3、4または11に記載の偏光板用保護フィルム。

【0022】13. 樹脂フィルムがセルロースエステルフィルム、ポリカーボネートフィルム、ポリエステルフィルムまたはポリアクリレートフィルムであり、且つ、該樹脂フィルムの光線透過率が85%以上であることを特徴とする前記1~12のいずれか1項に記載の偏光板用保護フィルム。

) 【0023】14. 樹脂フィルムがセルロースエステル を含むことを特徴とする前記1~13のいずれか1項に 記載の偏光板用保護フィルム。

【0024】15. 前記1~14のいずれか1項に記載の偏光板用保護フィルムを用いたことを特徴とする偏光板。

【0025】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の 偏光板用保護フィルムにおいては、樹脂フィルム上に、 導電性材料を含有し、表面比抵抗が10<sup>™</sup> Ω/c m以下 (23℃、55%RH)である導電性層を設けて帯電防 20 止機能を付与し、更に、導電性層に易接着機能を付与して、偏光板作製時の偏光子やその他の構成層との接着性を向上させたので、その結果、貼り合わせ時の静電気によるゴミ、フィルムの切り粉等の付着による異物欠陥の 発生が減少し、且つ、偏光板の液晶の異常表示が減少した。

【0026】本発明に係る樹脂フィルムについて説明する。本発明に係る樹脂フィルムとしては、例えば、セルロースエステルフィルム、ポリカーボネートフィルム、ポリエステルフィルム及びポリアクリレートフィルム等が好ましく用いられる。

【0027】更に、液晶画面の明るさを向上させる等の 観点から、樹脂フィルムの光線透過率が85%以上であ ることが好ましい。

【0028】本発明において、光線透過率の測定は、島津製作所(株)製MPS-2000を用い、波長500nmで測定した。

【0029】また、成型時に十分な機械的強度を持たせる観点から、本発明に係る樹脂フィルムの数平均分子量は、70000~3000000範囲が好ましく、更に40 好ましくは、80000~20000である。

【0030】本発明の偏光板用保護フィルムに係る導電性層に偏光子及び/または、その他の構成層などに対する易接着性機能を付与するためには、例えば、前記導電性層が親水性高分子化合物(a)の少なくとも1種を含有する層(1)、またはゼラチンまたはゼラチン誘導体の少なくとも1種とセルロースエステルを含有する層

(2)を有することが好ましく、また、導電性材料は前記の層(1)または層(2)に含有されることが好ましい。

0 【0031】親水性高分子化合物(a)としては好まし

くは、親水性セルロース誘導体(例えば、メチルセルロ ース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシセルロ ース等)、ポリビニルアルコール誘導体(例えば、ポリ ビニルアルコール、酢酸ビニルービニルアルコール共重 合体、ポリビニルアセタール、ポリビニルホルマール、 ポリビニルベンザール等)、天然高分子化合物(例え ば、ゼラチン、カゼイン、アラビアゴム等)、親水性ポ リエステル誘導体(例えば、部分的にスルホン化された ポリエチレンテレフタレート等)、親水性ポリビニル誘 導体(例えば、ポリーN-ビニルピロリドン、ポリアク リルアミド、ポリビニルインダゾール、ポリビニルピラ ゾール等)が挙げられ、中でも、親水性セルロース誘導 体、ポリビニルアルコール誘導体、天然高分子化合物等 が更に好ましく用いられる。上記の誘導体は、もちろ ん、単独あるいは2種以上併用して用いることができ る。

7

【0032】セルロースエステルとしては、セルローストリアセテート、セルロースジアセテート、セルロース アセテートプロピオネートまたはセルロースアセテート ブチレートが好ましく用いられる。

【0033】また、本発明の偏光板用保護フィルムにおいては、樹脂フィルムの少なくとも片面に上記記載の一般式〔1〕または〔2〕で表される-COOM基含有高分子化合物、上記記載の親水性高分子化合物(a)または上記記載のゼラチンまたはゼラチン誘導体の少なくとも1種を含有する層を有することにより、偏光板用保護フィルムの偏光子やその他偏光板構成層との接着性を向上させることが出来る。

【0034】上記記載の一般式〔1〕及び〔2〕におい て、Aで表される繰り返し単位を生成するビニル単量体 30 としては、例えば、スチレン、ニトロ基、フッ素原子、 塩素原子、臭素原子、クロロメチル基、低級アルキル基 (低級とは炭素原子数1~5を表す)等で置換されたス チレン、ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテ ル、ビニルクロロエチルエーテル、酢酸ビニル、クロロ 酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、アクリル酸、メタク リル酸またはイタコン酸等の不飽和酸、アクリル酸若し くはメタクリル酸のアルキルエステル(該アルキル基は 炭素数1~5の、非置換アルキル基または塩素原子、フ ェニル基等で置換したアルキル基)、アクリル酸若しく はメタクリル酸のフェニルエステル(該フェニル基は非 置換フェニル基または塩素原子、フェニル基等で置換し たフェニル基)、アクリロニトリル、塩化ビニル、塩化 ビニリデン、エチレン、アクリルアミド、炭素数1~5 のアルキル基あるいは塩素、フェニル基等で置換したア クリルアミド、ビニルアルコール、クリシジルアクリレ ート、アクロレイン等があり、好ましくはスチレン、置 換基を有するスチレン、酢酸ビニル、ビニルメチルエー テル、アルキルアクリレート、アクリロニトリル等が挙 げられる。

【0035】R'で表されるアルキル基としては、炭素数1~24のものが好ましく、直鎖アルキル基、分岐アルキル基及びシクロアルキル基のいずれでもよく、また該アルキル基は置換基を有していてもよい。

【0036】前記の置換基としてはヒドロキシル基、ヒドロキシカルボニル基、-COOM'(M'はカチオンを表す)基等で、特にフッ素原子のようなハロゲン原子で置換された炭素数2~18のハロゲン置換アルキル基または炭素数2~18のハロゲン置換アルキルオキシアルキル基が接着性向上の観点から好ましく用いられる。該ハロゲン置換アルキル基及び該ハロゲン置換アルキルオキシアルキル基に置換されたハロゲン原子数は望ましくは1~37である。このハロゲン置換アルキル基及びハロゲン置換アルキルオキシアルキル基並びに一般式〔2〕中のR<sub>3</sub>が表すハロゲン置換アルキル基及びハロゲン置換アルキルオキシアルキル基は、好ましくは下記一般式〔A〕で示される。

[0037]

20

【化3】 一般式 [A]

$$\begin{array}{c|c} & R_{4} & R_{9} & R_{5} \\ \hline -(c)_{n1} & (c)_{n2} & (c)_{n3} & (cF_{2})_{n} \\ R_{6} & R_{10} & R_{7} \end{array}$$

【0038】式中、 $R_1$ 、 $R_5$ 、 $R_6$ 、 $R_7$ 、 $R_8$ 、 $R_9$ 及び  $R_{10}$  は各々、水素原子またはフッ素原子を表し、nは1~12の整数を表し、n2は0または1であり、n2が0のときにはn1は0、n2が1のときにはn1は2または3であって、n3は1~17の整数を表す。但し、n1+n3は1~17である。なお、 $R_4$ が一般式

[A]中で2個以上ある場合には、各々が同一でもよく、異なっていても良い。同様に $R_5$ 、 $R_6$ 及び $R_7$ がそれぞれ一般式 [A] 中に複数個あるときには、各々が同一でもよく、異なっていても良い。

【0039】前記一般式〔1〕及び一般式〔2〕において、R'が前述のようなハロゲン置換アルキル基またはハロゲン置換アルキルオキシアルキル基のときには、好ましくは前記一般式〔1〕中のRは-O-R'である。

【0040】R′が表す複素環またはR′とR″とで形成する複素環としては、酸素原子、イオウ原子または窒素原子を含む飽和または不飽和の複素環が好ましく、例えばアジリジン、ピロール、ピロリジン、ピラゾール、イミダゾール、イミダゾリン、トリアゾール、ピペリジン、ピペラジン、オキサジン、モルホリン、チアジン等の複素環から選択される複素環が挙げられる。

【0041】Mが表すカチオンとしては、例えばアンモニウムイオン、ナトリウムイオン、カリウムイオン、リチウムイオン等が挙げられる。

50 【0042】上記一般式〔1〕または〔2〕で示される

-COOM基含有高分子化合物は、単独または2種以上 併用して用いてもよく、また、本発明に係る上記一般式 [1] または〔2〕で示される-COOM基含有高分子 化合物の分子量としては、平均分子量約500~50 0,000 (重量平均分子量) 程度のものが好ましく用 いられる。

9

\*【0043】以下、一般式〔1〕または〔2〕で示され る-COOM基含有高分子化合物の具体例を挙げるが、 本発明はこれらに限定されない。

[0044]【化4】

## 例示化合物

(1) 
$$-(cH_2-cH)_m$$
  $(cH-cH)_p$   $(cH-cH)_q$   $(cH-cH)_q$ 

[0045]

(5) 
$$\frac{11}{(cH_2-cH)_m}$$
  $\frac{(cH_2-cH)_p}{(cH_3-cH)_p}$   $\frac{(cH_2-cH)_p}{(cH_3-cH)_p}$   $\frac{(cH_3-cH)_p}{(cH_3-cH)_p}$   $\frac{(cH_3-c$ 

(6) 
$$-\langle CH_2 - CH \rangle_m - \langle CH - CH \rangle_p - \langle CH - CH \rangle_q$$
  
 $O$   $C=O$   $C=O$   $C=O$   $C=O$   
 $C=O$   $O$   $O$   $O$   
 $CH_3$   $CH_2$   $U$   $U$   $U$   
 $(CF_2)_3$   
 $O$   $O$   $O$   
 $O$   $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   
 $O$   $O$   

【0046】 【化6】

(12) 
$$-(cH_2-cH)_m - (cH-cH)_p - (cH-cH)_q - (cH_2-cH)_m - (cH-cH)_p - (cH-cH)_q - (cH-cH$$

[0048]

(18) 
$$+(CH_2-CH)_0 + (CH_2-CH)_p + (CH_2-CH)_q + (CH_2-CH)_{q1} + (CH_2-CH)_{q2} + (CH_2-CH)_{q2} + (CH_2-CH)_{q2} + (CH_2-CH)_{q2} + (CH_2-CH)_{q2} + (CH_2-CH)_{q1} + (CH_2-CH)_{q1} + (CH_2-CH)_{q1} + (CH_2-CH)_{q2} + (CH_2-CH)_{q2} + (CH_2-CH)_{q1} + (CH_2-CH)_{q2} + (CH_2-CH)_{q2} + (CH_2-CH)_{q1} + (CH_2-CH)_{q2} + (CH_2-C$$

(m=55, p=2, q=43)

(19) 
$$-(cH_2-cH_3-(cH_2-cH_2)_x - (cH_2-cH_2)_x$$
  
 $c=0$   $c=$ 

【0049】本発明に係る導電性材料について説明する。本発明に係る導電性材料としては、イオン性高分子化合物、金属酸化物等が好ましく用いられる。

【0050】イオン性高分子化合物としては、特公昭49-23828号、同49-23827号、同47-2508937号にみられるようなアニオン性高分子化合物;

18

特公昭55-734号、特開昭50-54672号、特公昭59-14735号、同57-18175号、同57-18175号、同57-18176号、同57-56059号などにみられるような、主鎖中に解離基をもつアイオネン型ポリマー;特公昭53-13223号、同57-15376号、特公昭53-45231号、同55-145783号、同55-65950号、同55-67746号、同57-11342号、同57-19735号、特公昭58-56858号、特開昭61-27853、同62-\*-般式[3]

\* 9346にみられるような、側鎖中にカチオン性解離基をもつカチオン性ペンダント型ポリマー;等を挙げることができる。

【0051】特に好ましいイオン性高分子化合物としては、次記一般式〔3〕および〔3 a〕、〔3 b〕の構造のユニットを有するポリマーが挙げられる。

[0052] 【化9】

R<sub>1</sub>: 水素原子、炭素数1~4のアルキル基、ハロ ゲン原子、 — CH<sub>2</sub>COO<sup>™</sup> M<sup>+</sup>

Y: -coo M , 水泉原子

L: --con+--, --co--, --co--, --o--

J: C1~12のアルキレン基、アリーレン基

M:水素原子、カチオン(例えばアルカリ金属、 特にNa,Ca)

R2,R'2,R"2: 炭素数1~4のアルキル基

p,q:0,1

X<sup>-</sup>: アニオン(ハロゲンイオン、スルホン酸アニオン、 カルボン酸アニオンなど)

【0053】 【化10】

19

【0054】式中R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>、R<sub>6</sub>は炭素数1~4の 置換あるいは未置換のアルキル基を表わし、R3とR1及 び/またはRsとRsが結合してピペラジンなどの含窒素 複素環を形成してもよい。A、B及びDはそれぞれ炭素 数2~10の置換あるいは未置換のアルキレン基、アリ ーレン基、アルケニレン基、アリーレンアルキレン基、  $-R_{1}COR_{8}-, -R_{9}COOR_{10}OCOR_{11}-, -R$  $_{12}$  OCR<sub>13</sub> COOR<sub>14</sub> -, -R<sub>15</sub> - (OR<sub>16</sub>) .-, -R<sub>17</sub> CONHR<sub>18</sub> NHCOR<sub>19</sub> -, -R<sub>20</sub> OCONHR zi NHCORz ーまたはーRz NHCONHRzi NHC 10 ー] ーなる4級塩の形でEに連結してもよい)を表わ ONHR<sub>25</sub> ーを表す。R<sub>7</sub>、R<sub>8</sub>、R<sub>9</sub>、R<sub>11</sub> 、R<sub>12</sub> 、R 14、 R15、 R16、 R17、 R19、 R20、 R22、 R23 および Rs はアルキレン基、Rio、Ris、Ris、Rzi およびR 24 はそれぞれ置換または未置換のアルキレン基、アルケ ニレン基、アリーレン基、アリーレンアルキレン基、ア ルキレンアリーレン基から選ばれる連結基、mは1~4 の正の整数を表し、X はアニオンを表す。

【0055】ただし、Aがアルキレン基、ヒドロキシア ルキレン基あるいは、アリーレンアルキレン基である時 には、Bがアルキレン基、ヒドロキシルアルキレン基あ\*20

\* るいはアリーレンアルキレン基ではないことが好まし

【0056】Eは単なる結合手、-NHCORs CON H-またはDから選ばれる基を表わす。 Rェ は置換ある いは未置換のアルキレン基、アルケニレン基、アリーレ ン基、アリーレンアルキレン基、またはアルキレンアリ ーレン基を表わす。

【0057】 $Z_1$ 、 $Z_2$ は-N=C-基は共に5員または 6員環を形成するのに必要な非金属原子群 (≡N+ [X す。

【0058】nは5~300の整数を表わす。更に本発 明においては、下記一般式 [3]、[3a]、[3b] で表わされる構造のユニットを有するイオン性高分子化 合物が好ましく用いられる。以下に、本発明に係るイオ ン性高分子化合物の具体例を挙げるが本発明はこれらに 限定されない。

[0059] 【化11】

IP-5
$$(H_3) \longrightarrow (H_2) \longrightarrow (H_2) \longrightarrow (H_3) \longrightarrow$$

[0060]

$$(12)$$

$$IP = 6$$

$$(N - CH_2 -$$

(m=50, p=1, q=49

[0063]

【化15】

【0064】 【化16】

x/s=5/95

【0066】前記イオン性高分子化合物は、これを単独 で用いてもよいし、あるいは数種類のイオン性高分子化 合物を組み合わせて使用してもよい。本発明に係るイオ ン性高分子化合物の偏光板用保護フィルム中の含有量 は、0.005g~2.0g/m<sup>2</sup>が好ましく、特に好 ましくは、0.01g~1.0g/m<sup>2</sup>である。

【0067】金属酸化物としては、導電性を有する金属 酸化物が挙げられる。金属酸化物の例としては、Sn、 Ti, In, Zn, Al, Si, Mg, Ba, Mo, W 及びVを主成分とし、かつその体積抵抗率が $10^{1}\Omega$ / cm (25°C、20%RH) である金属酸化物から選ば れる少なくとも1種の、またはこれらの金属の複合酸化 物であり、特にZnO、TiOz及びSnOzが好まし い。異種原子を含む例としては、例えばZnOに対して はAl、In等の添加、TiOzに対してはNb、Ta 等の添加、又SnО₂に対しては、Sb、Nb、ハロゲ ン元素等の添加が効果的である。これら異種原子の添加 量は0.01mo1%~25mo1%の範囲が好ましい が、0. 1 m o 1 % ~ 15 m o 1 % の範囲が特に好まし い。

【0068】また、これらの導電性を有する金属酸化物 粉体の体積抵抗率としては、 $10^{7}\Omega$  c mが好ましく、 特に好ましくは、10°Ωcm以下であり、1次粒子径 としては、 $10nm\sim0$ .  $2\mu m$ が好ましく、また、高 次構造の長径が30 nm~6μmである特定の構造を有 する粉体を導電層に体積分率で0.01%~20%以下 含んでいることが好ましい。

【0069】また、本発明の偏光板用保護フィルムに係 る導電性層が十分な帯電防止効果示し、且つ、充分な易 接着性を保持するためには、親水性高分子化合物

(a)、またはゼラチンまたはゼラチン誘導体の少なく とも1種とセルロースエステルに対する導電性素材の量 は、20%~300%が好ましく、30%~200%が より好ましい。

【0070】更に、本発明においては、導電性層中に微 50

粒子を添加してもよく、例えば、シリカ、コロイダルシ リカ、アルミナ、アルミナゾル、カオリン、タルク、マ イカ、炭酸カルシウム等を構成成分として含有する微粒 子をあげることができる。

28

【0071】上記記載の微粒子の平均粒径は、0.01  $\sim 10 \mu m$ が好ましく、より好ましくは0.01~5  $\mu$ m、塗布剤中の固形分に対して質量比で0.05~10 部が好ましく、特に好ましいのは0.1~5部である。 【0072】本発明に係る架橋剤について説明する。架 10 橋剤としては、金属酸化物、例えば酸化アルミニウム、 ホウ酸、酸化コバルト等が好ましい。また、メタキシレ ンビニルスルホン酸等のビニルスルホン基を有する化合 物、ビスフェノールグリシジルエーテル等のエポキシ基 を有する化合物、イソシアネート基を有する化合物、ブ ロックドイソシアネート基を有する化合物、2-メトキ シー4,6-ジクロルトリアジン、2-ソディウムオキ シー4,6-ジクロルトリアジン等の活性ハロゲン基を 有する化合物、ホルムアルデヒド、グリオキサール等の アルデヒド基を有する化合物、ムコクロル酸、テトラメ 20 チレンー1, 4ービス (エチレンウレア)、ヘキサメチ レン-1、6-ビス(エチレンウレア)等のエチレンイ ミン基を有する化合物及び活性エステル生成基を有する 化合物から選ばれる少なくとも1種の基を有する化合物 を使用することができ、又2種以上の架橋剤を併用して も良い。

【0073】これらのうち、金属酸化物、ビニルスルホ ン基を有する化合物、エチレンイミン基を有する化合 物、エポキシ基を有する化合物、アルデヒド基を有する 化合物が特に好ましい。

【0074】本発明において、ビニルスルホン基を有す る化合物とは、スルホニル基に結合したビニル基あるい はビニル基を形成しうる基を有する化合物であり、好ま しくはスルホニル基に結合したビニル基またはビニル基 を形成しうる基を少なくとも2つ有しており、下記一般 式〔4〕で表されるものが好ましい。

【0075】一般式〔4〕

 $(C H_2 = C H S O_2)_n A$ 

式中、Aはn価の連結基であり、例えばアルキレン基、 置換アルキレン基、フェニレン基、置換フェニレン基で あり、間にアミド連結部分、アミノ連結部分、エーテル 連結部分あるいはチオエーテル連結部分を有していても 良い。置換基としては、ハロゲン原子、ヒドロキシル 基、ヒドロキシアルキル基、アミノ基、スルホン酸基、 硫酸エステル基等が挙げられる。nは1、2、3または 4である。

【0076】以下にビニルスルホン系架橋剤の代表的具 体例を挙げるが、本発明はこれらに限定されない。

[0077]

【化18】

40

30

29 H-1 cH<sub>2</sub>=cHso<sub>2</sub>cH<sub>2</sub>so<sub>2</sub>cH=cH<sub>2</sub>

H-2

CH2=CHSO2CH2CH2SO2CH=CH2

H-3

CH2SO2CH=CH2 CH2=CHSO2CH2C-CH2SO2CH=CH2 CH2SO2CH=CH2

H-4

CH<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>
CH<sub>2</sub>=CHSO<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>−C−CH<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>
CH<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>

H-5 CH<sub>2</sub>=CHSO<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CHCH<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub> OH

H-6

CH<sub>2</sub>= CHSO<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CONHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>NHCOCH<sub>3</sub>SO<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>

H-7 CH<sub>2</sub>=CHSO<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>

H-8

CH<sub>2</sub>=CHSO<sub>2</sub>-N-N-SO<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>

CH<sub>3</sub>

H - 9

NaOSO3CH2CH2CH2SO2 - SO2CH2CH2OSO3Na

H-10

CH<sub>2</sub>=CHSO<sub>2</sub>

CH<sub>2</sub>=CHSO<sub>2</sub>

CHCH<sub>2</sub>

SO<sub>3</sub>Na

【0078】 【化19】 30 H-11

CH₂=CHCO-N N-COCH=CH

COCCH=CH₂

H-12

H-12 CH2=CHCON\_\_NCOCH=CH2

H-13
CH<sub>2</sub>=CHCONHCH<sub>2</sub>NHCOCH=CH<sub>2</sub>

H-14

40

50

CH2=CHCO2CH2OCOCH=CH2

H – 15 CH₂≃ CHSO₃CH₂CH – CH₂

H-16 CH<sub>2</sub>=CHCH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>

【0079】エチレンイミン基を有する化合物として

31 は、特に2官能、3官能で分子量が700以下のものが 好ましく用いられる。以下にエチレンイミン基を有する [0080] 架橋剤の具体例を挙げるが本発明はこれらに限定されな\* E-1 【化20】

E-2

[0081]

【化21】

#### E-6

#### E-7

### E-8

## E-9

【0082】エポキシ基を有する化合物としては、特にエポキシ基を2つ以上有し1つの官能基当たりの分子量が300以下のものが好ましい。以下にエポキシ基を有する架橋剤の具体例を挙げるが本発明はこれらに限定されない。

## [0083]

## 【化22】

#### A-1

## A-2

CH2OCOCH2CH2N CH3CH2C-CH2OCOCH2CH2N CH2OCOCH2CH2N

## A-3

#### A ....

[0084]

30

#### A-7

## DINCONH(CH2)6NHCON

【0085】本発明に係る架橋剤の使用量は、適用され るセルロースエステルフィルムにより異なるが、好まし くは添加される多糖類の0.1~10質量%、好ましく は1~8質量%である。

【0086】本発明に係る樹脂フィルムは、種々の添加 剤を含有しても良く、例えば、可塑剤、酸化防止剤、染 料(着色剤など)等を用いる事が出来る。

【0087】上記記載の添加剤の樹脂フィルム中の含有 量としては、質量割合で10~1000ppmが好まし く、更に好ましくは50~500ppmである。

【0088】また、液晶画面表示装置用には、耐熱耐湿 性を付与する可塑剤、酸化防止剤や紫外線防止剤などを 添加することが好ましい。添加剤の添加方法としては、 樹脂フィルムの溶液の調製の際に、前記樹脂フィルムや 溶媒と共に添加してもよいし、溶液調製中や調製後に添 加してもよい。またあらかじめ有機溶剤に溶解したもの をドープ組成中に添加してもよい。

【0089】上記記載の酸化防止剤としては、ヒンダー ドフェノール系の化合物が好ましく用いられ、2,6-ジーtーブチルーpークレゾール、ペンタエリスリチル ーテトラキス〔3ー(3, 5ージーtーブチルー4ーヒ ドロキシフェニル)プロピオネート]、トリエチレング リコールービス〔3-(3-t-ブチルー5-メチルー 4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕、1,6-ヘキサンジオールービス〔3- (3.5-ジーtープチ ルー4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、2,  $4 - \forall X - (n - x) + (n -$ シ-3.5-ジ-t-ブチルアニリノ)-1.3.5-トリアジン、2、2ーチオージエチレンビス〔3ー (3, 5 - ジー t - ブチルー 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオネート)、オクタデシルー3-(3,5-ジー t-ブチルー4-ヒドロキシフェニル)プロピオネー ト、N, N' - ヘキサメチレンビス(3, 5 - ジーt-ブチルー4ーヒドロキシーヒドロシンナマミド)、1, 3, 5-トリメチルー2, 4, 6-トリス(3, 5-ジ -tーブチル-4-ヒドロキシベンジル)ベンゼン、ト

ル) イソシアヌレイト等が挙げられる。特に2、6-ジ - t - ブチル- p - クレゾール、ペンタエリスリチルー テトラキス〔3-(3、5-ジ-t-ブチル-4-ヒド ロキシフェニル) プロピオネート]、トリエチレングリ コールービス〔3-(3-t-ブチル-5-メチル-4 -ヒドロキシフェニル)プロピオネート]が好ましい。 また例えば、N, N'ービス〔3-(3,5-ジーt-ブチルー4ーヒドロキシフェニル)プロピオニル)ヒド ラジン等のヒドラジン系の金属不活性剤やトリス(2, 10 4 - ジーt - ブチルフェニル) フォスファイト等のリン 系加工安定剤を併用してもよい。これらの化合物の添加 量は、樹脂フィルムに対して質量割合で1 p p m~1. 0%が好ましく、10~1000ppmが更に好まし い。また、この他、カオリン、タルク、ケイソウ土、石 英、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、酸化チタン、アル ミナ等の無機微粒子、カルシウム、マグネシウムなどの アルカリ土類金属の塩などの熱安定剤を加えてもよい。 更に帯電防止剤、難燃剤、滑剤、油剤等も加える場合が

【0090】上記可塑剤としては、フタル酸系エステ ル、リン酸系エステル、アルキルフタリルアルキルグリ コレート、クエン酸系エステル、アジピン酸系エステ ル、トリメリット酸系エステルなどが好ましく用いられ る。例えば、メチルフタリルメチルグリコレート、エチ ルフタリルエチルグリコレート、プロピルフタリルプロ ピルグリコレート、ブチルフタリルブチルグリコレー ト、オクチルフタリルオクチルグリコレート、メチルフ タリルエチルグリコレート、エチルフタリルメチルグリ コレート、エチルフタリルプロピルグリコレート、プロ ピルフタリルエチルグリコレート、メチルフタリルプロ ピルグリコレート、メチルフタリルブチルグリコレー ト、エチルフタリルブチルグリコレート、ブチルフタリ ルメチルグリコレート、ブチルフタリルエチルグリコレ ート、プロピルフタリルブチルグリコレート、ブチルフ タリルプロピルグリコレート、メチルフタリルオクチル グリコレート、エチルフタリルオクチルグリコレート、 オクチルフタリルメチルグリコレート、オクチルフタリ ルエチルグリコレート、メチルフタリルメチルグリコレ ート、エチルフタリルエチルグリコレート、プロピルフ タリルプロピルグリコレート、ブチルフタリルブチルグ リコレート、オクチルフタリルオクチルグリコレート、 トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェー ト、フェニルジフェニルホスフェート、ジメチルフタレ ート、ジエチルホスフェート、ジオクチルフタレート、 ジエチルヘキシルフタレート、クエン酸アセチルトリエ チル、クエン酸アセチルトリプチル、オレイン酸プチ ル、リシノール酸メチルアセチル、セバチン酸ジブチ ル、トリアセチン等が挙げられる。これら可塑剤の樹脂 フィルム中の含有量は、質量比で1~30%であること リス(3, 5ージーtーブチルー4ーヒドロキシベンジ 50 が好ましいが、5~20%がより好ましい。また、添加

剤が大気圧下において350℃よりも高い融点である可塑剤の場合、可塑剤同士の相互作用が可塑剤と樹脂フィルムとの相互作用よりも強く働き、樹脂フィルムの非塩素系有機溶媒に対する溶解性が低減するため、350℃以下の沸点である可塑剤が好ましく用いられる。

【0091】沸点350℃以下の可塑剤としては、エチルフタリルエチルグリコレート、ジメチルフタレート、ジエチルフタレート、ジプチルフタレート、ジオクチルアジペートなどがある。

【0092】上記紫外線防止剤しては、波長370nm 10以下の紫外線の吸収能に優れ、かつ良好な液晶表示性の観点から、波長400nm以上の可視光の吸収が少ないものが好適である。含有量は、樹脂フィルム $1m^2$ 当たり、 $0.2g\sim3g$ が好ましいく、更に好ましくは、 $0.5g\sim2g$ である。

【0093】本発明に好ましく用いられるこれら紫外線 吸収剤の具体例としては、例えばオキシベンゾフェノン 系化合物、ベンゾトリアゾール系化合物、サリチル酸エステル系化合物、ベンゾフェノン系化合物、シアノアクリレート系化合物、ニッケル錯塩系化合物などが挙げら 20れる。

【0094】ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤としては下記一般式〔5〕で示される化合物が好ましく用いられる。

[0095]

【化24】

一般式 [5]

$$\bigcap_{R_{5}}^{R_{4}}\bigcap_{N}\bigcap_{R_{2}}^{OH}\bigcap_{R_{1}}^{R_{1}}$$

【0096】式中、R1、R2、R3、R4及びR5は同一でも異なってもよく、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、ヒドロキシル基、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アルコキシ基、アシルオキシ基、アリールオキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、モノ若しくはジアルキルアミノ基、アシルアミノ基または5~6員の複素環基を表し、R4とR5は閉環して5~6員の炭素環を形成してもよい。

【0097】以下に本発明に係る紫外線吸収剤の具体例を挙げるが、本発明はこれらに限定されない。

【0098】UV-1:2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル) ベンゾトリアゾール

UV-2:2-(2'-EFD+2-3',5'-2-1)tert-77+UV-2-1

 ゾール

UV-5:2-(2'-ヒドロキシ-3'-(3",4",5",6"-テトラヒドロフタルイミドメチル)-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾールUV-6:2,2-メチレンビス(4-(1,1,3,

0 V − 6 · 2 , 2 − メテレンとス(4 − (1 , 1 , 3 , 3 − テトラメチルブチル) − 6 − (2 H − ベンゾトリア ゾール − 2 − イル)フェノール)

UV-7:2-(2'-EFD+2)-3'-tert-ブチルー5'-Xチルフェニル) -5-Dロロベンゾトリアゾール

また本発明に係る紫外線吸収剤のひとつであるベンゾフェノン系紫外線吸収剤としては下記一般式〔6〕で表される化合物が好ましく用いられる。

[0099]

【化25】 一般式 [6]

ОН

【0100】式中、Yは水素原子、ハロゲン原子またはアルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、及びフェニル基を表し、これらのアルキル基、アルケニル基及びフェニル基は置換基を有していてもよい。Aは水素原子、アルキル基、アルケニル基、フェニル基、シクロアルキル基、アルキルカルボニル基、アルキルスルホニル基又は一CO(NH) ー D基を表し、Dはアルキル基、アルケニル基又は置換基を有していてもよいフェニル基のを表す。m及びnは1または2を表す。

【0101】上記において、アルキル基としては例えば、炭素数24までの直鎖または分岐の脂肪族基を表し、アルコキシ基としては例えば、炭素数18までのアルコキシ基で、アルケニル基としては例えば、炭素数16までのアルケニル基で例えばアリル基、2ープテニル基などを表す。又、アルキル基、アルケニル基、フェニル基への置換分としてはハロゲン原子、例えば、塩素原子、臭素原子、フッ素原子など、ヒドロキシル基、フェニル基(このフェニル基にはアルキル基又はハロゲン原40子などを置換していてもよい)などが挙げられる。

【0102】以下に一般式〔2〕で表されるベンゾフェノン系化合物の具体例を示すが、本発明はこれらに限定されない。

【0103】UV-8:2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン

UV-9:2, 2'ージヒドロキシー4ーメトキシベン ゾフェノン

UV-10:2-ヒドロキシ-4-メトキシ-5-スル ホベンゾフェノン

tertープチルフェニル) -5-クロロベンゾトリア 50 UV-11:ビス(2-メトキシ-4-ヒドロキシ-5

ーベンゾイルフェニルメタン)

本発明で好ましく用いられる上記記載の紫外線吸収剤 は、透明性が高く、偏光板や液晶素子の劣化を防ぐ効果 に優れたベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤やベンゾフ ェノン系紫外線吸収剤が好ましく、不要な着色がより少 ないベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤が特に好まし い。

【0104】紫外線吸収剤のフィルム中での分布に関し ては、乾燥工程や熱処理工程で可塑剤と共に表面に移動 したりすることで、工程を汚染したり再付着等による外 10 燥した後、反対面に下記組成のカール防止層用塗布液 観故障の原因になるので、紫外線吸収剤の含有量はフィ ルム表面側の濃度がフィルム全体の平均の濃度よりも低 いことが好ましい。

[0105]

\* 【実施例】以下に本発明の実施例を示すが、本発明はこ れらに限定されない。

40

【0106】実施例1

《偏光板用保護フィルム試料1の作製》厚さ80μmの セルローストリアセテートフィルム(コニカ株式会社 製、商品名:コニカタックKC80UVSF(以下TA Cと略す))の一方の面に下記組成の下層液(1)を2 0 m l / m 、及び下記組成の上層液(1)を25 m l /m<sup>4</sup>をこの順に塗布し、それぞれ100℃で5分間乾 (1)をカール度+1になるような膜厚で塗布乾燥(1) 00℃、5分間)し、偏光板用保護フィルム試料1を作 製した。

[0107] \*

《下層液(1)の調製》

化合物(14) 0.5g アセトン 40ml 酢酸エチル 50ml イソプロピルアルコール 10ml 《上層液(1)の調製》

ポリビニルアルコール(PVA)(日本合成化学工業(株)製、

商品名:ゴーセノールNH-26) 0.1g導電性材料 (IP-11) 0.15g サポニン (メルク (株) 製、界面活性剤) 0.03g架橋剤(グリオキサール) 0.025g 純水 5 5 m l メタノール 40 ml イソプロピルアルコール 5 m 1

《カール防止層用塗布液(1)の調製》

セルロースジアセテート(ダイセル(株)製、商品名:

アセテートフレークL-50) 0. 5 g 2%アセトン分散微粒子シリカ(超音波分散)(日本アエロジル(株)製、 商品名:アエロジル200) 0. 2 g アセトン 40 m l 酢酸エチル 55ml

イソプロピルアルコール 《偏光板用保護フィルム試料2の作製》実施例1の上層 ※ィルム試料2を作製した。

液(1)を下記組成の上層液(2)に代えた以外は、偏 光板用保護フィルム試料1と同様にして偏光板用保護フ※

《上層液(2)の調製》

ポリビニルアルコール(PVA)(日本合成化学工業(株)製、商品名:

[0108]

ゴーセノールNH-26) 0.2g 導電性材料 (IP-15) 0.3g 架橋剤(グリオキサール) 0.025g サポニン(メルク(株)製、界面活性剤) 0.03g純水 58ml メタノール 40 ml ジエチレングリコール 2 m l

ポリエチレンテレフタレートフィルム(ダイヤホイル 50 の一方の面に20W/m²・分の条件でコロナ放電処理

《偏光板用保護フィルム試料3の作製》厚さ75μmの (株)製、商品名:ダイヤホイル、以下PETと略す)

5 m l

を施し、次いで該コロナ放電処理面に下記組成の下層液

(2) を20ml/m<sup>2</sup>、及び上層液(3) を25ml

/m<sup>4</sup>をこの順に塗布し、それぞれ100℃で5分間乾 \*

\* 燥し、偏光板用保護フィルムである偏光板用保護フィル ム試料3を作製した。

42

[0109]

《下層液(2)の調製》

0.4g 化合物(14)

ポリエステル樹脂(東洋紡績(株)製、商品名:バイロン#200)

0. 1 g アセトン 40ml メチルエチルケトン 50ml ジメチルホルムアミド 10ml

《上層液(3)の調製》

ポリビニルアルコール (PVA) (日本合成化学工業(株)製、商品名:

ゴーセノールNH-26) 0.3g 導電性材料 (IP-4) 0. 2 g サポニン (メルク (株) 製、界面活性剤) 0.03g架橋剤(グリオキサール) 0.03g純水 70ml メタノール 30ml

《偏光板用保護フィルム試料4の作製》厚さ75µmの ポリカーボネートフィルム(ロンザジャパン(株)製、 商品名:光学グレードポリカーボネートフィルム、以下 P C と略す) の一方の面に 5 O W / m<sup>2</sup>・分の条件でコ ロナ放電処理を施し、次いで該コロナ放電処理面に下記※

※組成の下層液(3)を20ml/m<sup>2</sup>、及び実施例1使 20 用と同じ上層液(1)を30m1/m<sup>4</sup>この順に塗布 し、それぞれ100℃で5分間乾燥し、偏光板用保護フ ィルム試料4を作製した。

[0110]

《下層液(3)の調製》

化合物(14) 0.5g 酢酸エチル 40ml アセトン 50ml ジメチルホルムアミド 10ml

《偏光板用保護フィルム試料5の作製》偏光板用保護フ のアクリレートフィルム(日本カーバイト(株)製、以 下PMMAと略す)に代えた以外は同様にして偏光板用 保護フィルム試料5を作製した。

★光板用保護フィルム試料1の作製に用いた上層液(1) ィルム試料1の作製において、フィルムを膜厚50μm 30 を下記組成の上層液(4)に代えた以外は、偏光板用保 **護フィルム試料1の作製と同様にして偏光板用保護フィ** ルム試料6を作製した。

[0112]

## 【0111】《偏光板用保護フィルム試料6の作製》偏★

#### 《上層液(4)の調製》

ポリビニルアルコール(PVA)(日本合成化学工業(株)製、商品名:

ゴーセノールNH-26) 0. 2 g 導電性材料 (IP-22) 0.3g サポニン(メルク(株)製、界面活性剤) 0.03g純水 58ml メタノール 40ml ジエチレングリコール 2 m l

《偏光板用保護フィルム試料7の作製》偏光板用保護フ ィルム試料1の作製に用いたTACフィルムを下記の方 法で作製したTACFに代え、更に下層液(1)を下記 組成の下層液(4)に代えた以外は偏光板用保護フィル ム試料1の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料☆

☆7を作製した。

【0113】《TACFの作製》下記工程により、微粒 子入りTACフィルム(TACFと略す)を作製した。 [0114]

## (微粒子分散液の調製)

エタノール 27 L

微粒子(二酸化ケイ素、商品名:アエロジル200V、1次粒子径15nm、

日本アエロジル (株) 製)

300g

44

上記材料を攪拌混合し、TKミキサーにて回転数500 rpm、30分間予備分散した後マントンゴーリン型高 圧分散機にて19.613MPaの圧力で分散して、微\* \* 粒子分散液を調製した。

[0115]

(添加液 A の調製)

上記微粒子分散液

22部

綿花リンターから合成されたセルローストリアセテート(酢化度61.0%)

2部

2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-t-ブチルフェニル)

ベンゾトリアゾール(紫外線吸収剤)

26部

メチレンクロライド

29部

上記添加液Aについて、遠心式粒度分布測定器(CAP ※た。

A500、堀場製作所(株)製)で測定したところ、微

[0116]

粒子(二酸化ケイ素)の平均粒径は1.2μmであっ ※

(ドープ組成物Aの調製)

綿花リンターから合成されたセルローストリアセテート(酢化度61.0%)

85部

木材パルプから合成されたセルローストリアセテート(酢化度61.0%)

15部

エチルフタリルエチルグリコレート(可塑剤)

4部

メチレンクロライド

475部

エタノール

50部

上記記載の化合物を密閉容器に投入し、70℃まで加熱し、攪拌しながらセルローストリアセテート(TAC)を完全に溶解しドープ組成物Aを得た。溶解に要した時間は4時間であった。ドープ組成物Aをろ過した後、セルローストリアセテートに対する微粒子の含有率が0.05質量%となるようにドープ組成物Aと添加液Aとをインラインミキサーで混合した後、ベルト流延装置を用い、ドープ温度35℃で30℃のステンレスベルト支持い、ドープ温度35℃で30℃のステンレスベルト支持な上た。剥離可能な範囲まで乾燥させた後、ステンレスベルト支持体上からドープを剥離した。この時のドープの残留溶媒量は25%であった。ドープ流延から剥離までに要した時間は3分であった。

【0117】本発明に係るドープの残留溶媒量は下記式で定義される。

残留溶媒量=(ドープの加熱処理前質量-ドープの加熱★

★処理後の質量)/ (ドープの加熱処理後質量) × 100 %

尚、残留溶媒量を測定する際の加熱処理とは、115℃ で1時間の加熱処理を行うことを表す。

【0118】ステンレスベルト支持体から、ドープ膜を剥離した後、幅保持しながら多数のロールで搬送しながら第1ゾーン50℃、第2ゾーン90℃、第3ゾーン120℃の乾燥ゾーンを通し、更に130℃の乾燥加熱ゾーンで乾燥を終了させ、フィルム両端に幅10mm、高さ4 $\mu$ mのナーリング加工を施して膜厚40 $\mu$ mのセルローストリアセテートフィルム試料1を作製した。フィルム幅は1300mm、巻き取り長さは3000mとなるように調整した。巻き取り張力は初期張力196N/1300mm、最終張力98N/1300mmとした。

[0119]

《下層液(4)の調製》

ゼラチン

/

セルロースジアセテート(DAC、ダイセル(株)製、商品名:

0.7g

架橋剤(グリオキサール)

アセテートフレークL-50)

0. 01g

1 g

**氷酢酸** 

2 m 1

純水

3 m l

メタノール

27 m l

アセトン

68ml

《偏光板用保護フィルム試料8の作製》下記組成の下層 液(5)及び偏光板用保護フィルム試料6の作製で使用 したと同じ上層液(4)に代えた以外は、偏光板用保護☆ 《導電性微粒子分散組成物の調製》 ☆フィルム試料3の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料8を作製した。

[0120]

メタノール

純水

30ml

1 0 m l

AE	46
45	
導電性 SnO₂アンチモン複合微粒子	
1次粒子0.015nm)	2 0 0 g
ニトロセルロース	5 g
メチルエチルケトン	150g
	* 散組成物を用いて下記組成の下層液(5)を調製した。
【0121】上記のようにして調製した導電性微粒子分*	[0122]
《下層液(5)》	
化合物(14)	0. 4 g
ポリエステル樹脂(東洋紡績(株)	製、商品名:バイロン#200)
	0. 2 g
導電性微粒子分散組成物	0. 6 g
架橋剤(グリオキサール)	0. 08g
アセトン	6 5 m l
メタノール	2 5 m l
メチルセロソルブ	1 0 m l
《偏光板用保護フィルム試料9の作製》偏光板用保護フ	※に代えた以外は、偏光板用保護フィルム試料4の作製と
イルム試料4の作製に用いた下層液(3)を下記組成の	
下層液(6)に変え、上層液を下記組成の上層液(5)※	
《下層液(6)の調製》	
化合物(14)	0. 4 g
導電性材料(IP-11)	0. 2 g
2%アセトン分散微粒子シリカ(超音	9
商品名:アエロジル200))	0. 2 g
サポニン(メルク(株)製、界面活性	_
架橋剤(グリオキサール)	0. 05 g
純水	5 5 m l
メタノール	4 0 m l
イソプロピルアルコール	5 m l
《上層液(5)の調製》	
ポリビニルアルコール(PVA)(E	日本合成化学工業(株)製、商品名:
ゴーセノールNH-26)	0. 3 g
サポニン(メルク(株)製、界面活性	•
架橋剤(グリオキサール)	0. 025g
純水	5 5 m l
メタノール	4 0 m l
イソプロピルアルコール	5 m l
《偏光板用保護フィルム試料10の作製》偏光板用保護	★保護フィルム試料5の作製と同様にして偏光板用保護フ
フィルム試料5の作製に用いた下層液を下記組成の下層	イルム試料10を作製した。
液 (7) に変え、上層液を偏光板用保護フィルム試料9	[0124]
の作製に用いた上層液(5)に代えた以外は、偏光板用★40	
《下層液(7)の調製》	,
化合物(14)	0. 5 g
エマルジョン型アクリル樹脂(日本)	•
ニカゾールA-08)	0. 2 g
ジャップ	0. 2 g
架橋剤(グリオキサール)	0. 05 g
米個別(グラスモッール) アセトン	4 0 m l
から かんしょう かんしょう かんしょ かんしょ かんしょ かんしょ かんしょ かんしょ かんしょ かんしょ	2 0 m l
BF欧上ノル	20111

《偏光板用保護フィルム試料11の作製》偏光板用保護 フィルム試料1の作製に用いた上層液を下記組成の上層 液(6)に代えた以外は、偏光板用保護フィルム試料1\* \*の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料11を作 製した。

[0125]

《上層液 (6) の調製》

ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート(信越化学工業(株)製、

商品名:HP-55)	0. 5 g
導電性材料(IP-22)	0. 2 g
サポニン(メルク(株)製、界面活性剤)	0. 03g
架橋剤(グリオキサール)	0. 03g
アセトン	3 0 m l
メタノール	6 0 m l
イソプロピルアルコール	1 0 m l

《偏光板用保護フィルム試料12の作製》偏光板用保護 フィルム試料1の作製において、カール防止層用塗布液 を塗布する代わりに下記組成の紫外線硬化性樹脂を含む 組成物を乾燥膜厚 4 μ mに成るように塗布し、80℃で 5分間乾燥した後60W/cmの高圧水銀灯下10cm※ ※の距離から4秒間硬化させ、ハードコート硬化塗布層を 設けた以外は偏光板用保護フィルム試料1の作製と同様 にして偏光板用保護フィルム試料12を作製した。

[0126]

《紫外線硬化性樹脂組成物(A)の調製》

ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート単量体 60g ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート2量体 20 g ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート3量体以上の成分 20g ジエトキシベンゾフェノンUV開始剤 3 g シリコーン系界面活性剤 1 g メチルエチルケトン 7 5 g メチルプロピレングリコール 7 5 g

偏光板用保護フィルム試料12の硬化塗布層の鉛筆硬度 を測定したら3Hの硬度を示し、耐擦傷性効果を示し た。

【0127】《偏光板用保護フィルム試料13の作製》 止層用途布液を塗布する代わりに下記の帯電防止層塗布 液組成物(1)を20μm/m<sup>6</sup>となるように塗布し、 ★

★80℃で5分間乾燥して帯電防止層(1)を設け、更に 前記帯電防止層(1)の上に偏光板用保護フィルム試料 12の作製に用いた紫外線硬化性樹脂組成物(A)を偏 光板用保護フィルム試料12の作製時と同様にして硬化 偏光板用保護フィルム試料1の作製において、カール防 30 皮膜とした以外は偏光板用保護フィルム試料1の作製と 同様にして偏光板用保護フィルム試料13を作製した。 [0128]

《帯電防止層塗布液組成物(1)の調製》

導電性材料(IP-20、5%メタノール分散液、平均粒径0.2μm)

10ml

ポリメチルメタアクリレート樹脂(三菱レイヨン株式会社製、商品名:

ダイヤナールBR-108)	0. 5 g
メチルプロピレングリコール	6 5 m l
メチルエチルケトン	2 0 m l
乳酸エチル	5 m l

《偏光板用保護フィルム試料14の作製》偏光板用保護 フィルム試料12の作製と同様に紫外線硬化ハードコー ト層を設け、更にその上に下記組成の反射防止層を設け た以外は偏光板用保護フィルム試料12の作製と同様に して、偏光板用保護フィルム試料14を作製した。

【0129】ハードコート層の上に下記の中屈折率層用 組成物Aを塗布し、80℃ 20分間乾燥させた。次い で、3kWの高圧水銀灯を25cmの距離から10秒間☆

《中屈折率層用組成物A》

チタニウムテトラー n ープトキシド

☆照射し硬化させ、中屈折率層を設けた。尚、中屈折率層 の厚さは80 nmで、屈折率は1.66であった。尚、 本発明においては、屈折率の測定は、自動複屈折計KO BRA-21DH (KSシステムズ(株)製)を用いて 23℃、55%RHの環境下において、波長が590n mの光を照射することにより測定した。

[0130]

49 50 ジエトキシベンゾフエノン (紫外線開始剤) 0. 1 g y-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン 5 g シクロヘキサノン 1400g イソプロピルアルコール 3500g

次に、中屈折率層上に下記組成の高屈折率層用組成物 B を塗布し、80℃、5分間乾燥させた。次いで、3kW の高圧水銀灯を25cmの距離から10秒間照射し硬化\* \* させ、高屈折率層を設けた。尚、高屈折率層の厚さは8 5 nmで、屈折率は1.90であった。

#### 《高屈折率層用組成物B》

チタニウムテトラー n ープトキシド 75 g テトラエトキシシラン 8.3g 界面活性剤(大日本インキ(株)社製のF-177) 1 g シクロヘキサノン 2500g トルエン 5700g

この後、高屈折率層の上に下記組成のフッ素含有モノマ 一組成物を塗布し、80℃、5分間乾燥させた。次い で、3kWの高圧水銀灯を25cmの距離から10秒間※ ※照射し硬化させ、低屈折率層を設けた。尚、低屈折率層 の厚さは90nmで、屈折率は1.37であった。

[0132]

[0134]

[0131]

《フッ素含有モノマー組成物(低屈折率層用組成物C)》

メタアクリル酸-3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6-オクタフルオロヘキシル

ジアクリル酸-2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9. 9. 9 – ヘプタデカフルオロノニルエチレングリコール ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート(光重合性モノマー)

10 g 界面活性剤(大日本インキ(株)社製のF-177) 1 g シクロヘキサノン 3500g イソプロピルアルコール 7700g

上記のようにして、TAC-紫外線硬化ハードコート層 - 中屈折率層-高屈折率層-低屈折率層からなる偏光板 用保護フィルム試料14を作製した。得られた偏光板用 率は0.1%であり、大きな反射防止効果が認められ た。

★【0133】《偏光板用保護フィルム試料15の作製》 偏光板用保護フィルム試料13の作製に用いた紫外線硬 化性樹脂を含む組成物を下記組成物に代えた以外は偏光 保護フィルム試料14の反射率を測定したところ、反射 30 板用保護フィルム試料13の作製と同様にして偏光板用 保護フィルム試料15を作製した。

#### 《紫外線硬化性樹脂組成物(B)の調製》

ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート単量体 50g ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート2量体 20 g ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート3量体以上の成分 20 g 1. 4 - ブタンジオールジグリシジルエーテル 10 g ジエトキシベンゾフエノン(UV重合開始剤) 3 g 0.5g 芳香族スルホニウム塩系UV開始剤 シリコーン系界面活性剤 1 g シリカ微粒子(平均粒径4.5 µm) 2 g 疎水性シリカ微粒子(平均粒径0.01 µ m) 2 g 50g メチルエチルケトン 酢酸エチル 50g イソプロピルアルコール 50g

上記記載の組成物を高速攪拌機(TKホモミキサー、特 殊機化工業8(株)製)で攪拌し、その後、衝突型分散 機(マントンゴーリー、ゴーリン(株)製)で分散し た。得られた偏光板用保護フィルム試料15のヘーズ値 を測定したら8%を示し、蛍光灯の映り込みのない防眩 50 偏光板用保護フィルム試料1の作製に用いた上層液

効果が認められた。本発明において、防眩効果とは、層 の表面に凹凸を有する構造をもたせることにより、層表 面において光を散乱させる事を意味している。

【0135】《偏光板用保護フィルム試料16の作製》

(1)から導電性材料(IP-11)の代わりに、導電性材料(IP-20)を用いた以外は偏光板用保護フィルム試料1の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料16を作製した。

【0136】《偏光板用保護フィルム試料17(比較試料)の作製》偏光板用保護フィルム試料1の作製に用いた上層液(1)から導電性材料(1P-11)を除いた以外は偏光板用保護フィルム試料1の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料17を作製した。

【0137】《偏光板用保護フィルム試料18(比較試料)の作製》偏光板用保護フィルム試料3の作製に用いた上層液(3)から導電性材料(IP-4)を除いた以外は偏光板用保護フィルム試料3の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料18を作製した。

【0138】《偏光板用保護フィルム試料19(比較試料)の作製》偏光板用保護フィルム試料4の作製に用いた上層液(1)を偏光板用保護フィルム試料9の作製に用いた上層液-(5)に代えた以外は偏光板用保護フィルム試料4の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料19を作製した。

【0139】《偏光板用保護フィルム試料20(比較試料)の作製》偏光板用保護フィルム試料5の作製に用いた上層液(1)から導電性材料(IP-11)を除いた以外は偏光板用保護フィルム試料5の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料20を作製した。

【0140】《偏光板用保護フィルム試料21(比較試料)の作製》偏光板用保護フィルム試料1の作製に用いた上層液(1)からポリビニルアルコールを除いた以外は偏光板用保護フィルム試料1の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料21を作製した。

【0141】《偏光板用保護フィルム試料22(比較試料)の作製》偏光板用保護フィルム試料2の作製に用いた上層液(2)からポリビニルアルコールを除いた以外は偏光板用保護フィルム試料2の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料22を作製した。

【0142】《偏光板用保護フィルム試料23(比較試料)の作製》偏光板用保護フィルム試料3の作製に用いた上層液(3)からポリビニルアルコールを除いた以外は偏光板用保護フィルム試料3の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料23を作製した。

【0143】《偏光板用保護フィルム試料24(比較試料)の作製》偏光板用保護フィルム試料6の作製に用いた上層液(4)からポリビニルアルコールを除いた以外は偏光板用保護フィルム試料6の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料24を作製した。

【0144】《偏光板用保護フィルム試料25(比較試料)の作製》TACフィルムを8質量%の水酸化ナトリウム水溶液中60℃で2分間浸漬した後2分間流水で水洗し、乾燥してケン化処理済み偏光板用保護フィルム試料25を作製した。

【0145】《偏光板用保護フィルム試料26(比較試料)の作製》偏光板用保護フィルム試料5の作製に用いた上層液(1)からポリビニルアルコールを除いた以外は偏光板用保護フィルム試料5の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料26を作製した。

【0146】《偏光板用保護フィルム試料27(比較試料)の作製》偏光板用保護フィルム試料7の作製に用いた上層液(1)から導電性材料(IP-11)を除いた以外は偏光板用保護フィルム試料7の作製と同様にして偏光板用保護フィルム試料27を作製した。

【0147】上記記載のようにして得られた偏光板用保 護フィルム試料の各々について下記に記載の評価方法に より、各種特性を評価した。

【0148】《偏光板用保護フィルムと偏光子との接着性(初期接着、加工性、耐久性)》下記の工程で、偏光子と保護フィルムとを張り合わせて偏光板を作製した。 【0149】(1)18cm×5cmサイズの保護フィ

【UI49】(I) I8cm×5cmサイスの保護ノイルム試料を塗工面を上にしてガラス板上に配置する。

【0150】(2)保護フィルム試料と同サイズの1軸20 延伸されたポリビニルアルコール染色フィルムからなる 偏光子を固形分2質量%のポリビニルアルコール接着剤槽中に1~2秒間浸漬(偏光子の両面を)する。

【0151】(3)上記の偏光子に付着した過剰の接着 剤を軽く取り除き、上記の保護フィルム試料上にのせ て、さらに上記と同一の試料フィルムの塗工面と接着剤 とが接するように次の保護フィルム試料を積層し配置す る。

【0152】(4)ハンドローラで上記で積層された偏光子と保護フィルムとの積層物の端部から過剰の接着剤 及び気泡を取り除き貼り合わせる。ハンドローラの圧力は約0.2~0.3MPa、ローラスピードは約2m/分とした。

【0153】(5)80℃の乾燥器中に、試料を2分間 放置する。このようにして作製した偏光フィルムについ て、偏光子と偏光板保護フィルムとの接着性(初期接着 性、加工性、耐久性)を下記により評価した。

【0154】偏光子と保護フィルムとを貼り合わせた 後、手で剥離性を測定し材料破壊の発生の程度で下記の 3段階に評価した。

40 【0155】《接着性:初期接着》偏光板用保護フィルムと偏光子を貼り合わせた後、手で剥離性を測定し材料破壊の発生の程度で下記の3段階の評価を行った。

[0156]

○:材料破壊が起こるほど、偏光板用保護フィルムと偏 光子との接着性良好

△:一部材料破壊が起こるが、偏光板用保護フィルムと 偏光子間で剥がれる面積が大きい

×:偏光板用保護フィルムと偏光子間で剥がれる

《接着性:加工性》片刃を用いて断裁して接着面の浮き 50 の程度で下記の3段階の評価を行った。 [0157]

〇:接着面の浮きがまったくない

△: わずかに接着面の浮きが起こる

×:接着面の浮きが起こる

《接着性:耐久性能》条件(A)75℃、相対湿度90%の条件下、及び、条件(B)90℃、相対湿度10%以下の条件下に、各々、偏光板を500時間放置し、外観変化を観察し、端部からの剥離の幅を測定した。評価のランクは下記のとおりである。

[0158]

O:0.5 mm以内

 $\Delta$ : 0. 6~1. 5 mm

×:1.6mm以上

偏光板用保護フィルム試料の静電気特性、次いで、偏光 板用保護フィルム試料と偏光子とを貼りあわせて作製し た偏光板の特性を下記のように評価した。

【0159】《表面比抵抗》偏光板用保護フィルム試料  $1\sim27$  の各々をを23℃、55%RHの条件にて24時間調湿し、川口電機株式会社製テラオームメーターモデルVE-30を用いて測定した。測定に用いた電極は、2本の電極(試料と接触する部分が1cm×5cm)を間隔を1cmで平行に配置し、該電極に試料を接触させて測定し、測定値を5倍にした値を表面比抵抗値 $\Omega/cm^2$ とした。尚、本発明において、表面比抵抗とは導電性層表面の値を表す。

【0160】《プロテクトフィルム剥離後の帯電量測定、ゴミ付着テスト、液晶の異常表示テスト》偏光子の両面に各々、偏光板用保護フィルム試料1~27の易接着機能を有する導電性層を有する側の面を貼りあわせて作製した偏光板において、一方の面に、ポリエチレン/30エチレン/酢酸ビニル共重合体二層押出成形フィルムからなる表面保護フィルム(プロテクトフィルムとも呼ぶ)を貼り付け、もう一方の面には、厚さ20μmのアクリル系粘着層を付設して、その表面をシリコーン系剥離剤で処理したポリエステルフィルムからなるセパレートフィルムで被覆保護した。

【0161】得られた試料について、下記のように、帯

電量、ゴミ付着テスト、液晶の異常表示テストを行った。

【0162】《プロテクトフィルム剥離後の帯電量測定》上記記載の各々の試料のプロテクトフィルムを急速に剥がし、剥離の際に偏光板の樹脂フィルム表面に発生した帯電量を帯電式電位測定器(商品名: KS-471型、春日電気社製)を用い、25℃、20%RHの条件のもとで測定した。

【0163】《液晶の異常表示テスト》上記記載の各々の試料を液晶パネルに組み込んで印画像を作製し、次いで、プロテクトフィルムを剥離除去した後の液晶の異常表示(画像や文字のぼけ)を目視で観測した。上記記載のプロクテト剥離後の帯電量が大きいと液晶の異常表示が多い。

【0164】《ゴミ付着量》上記記載の各々の試料のセパレートフィルムを急速に剥離除去した後の偏光板のアクリル系粘着層表面のゴミの付着量を下記のようにランク評価した。

【0165】乾燥したタバコの灰をガラスシャーレに入 20 れ、タバコの灰に上記のアクリル系粘着層表面を10秒 間、高さ1cmまで近づけ、ゴミの付着を観察した。

[0166]

〇・・・ゴミ付着は全く見られなかった

△・・・ゴミ付着は少し認められた

×・・・ゴミ付着が著しく認められた

また、上記で得られた本発明の偏光板用保護フィルム試料1~16、比較の偏光板用保護フィルム試料17~27を各々、用いて偏光板を作製し、偏光板作製の収率を下記のようにして求めた。

【0167】《偏光板の収率》偏光板作製時において、使用した偏光板保護フィルムの面積(長さ×幅)に対して、不良個所のない偏光板の面積の比を百分率で表す。本発明において不良個所がないとは、上記記載のゴミの付着や液晶の異常表示のない偏光板を表す。

【0168】得られた結果を表1、表2、表3に示す。 【0169】

【表1】

CE						
55		= ++++			<u>-</u>	;
偏光板保護						!
フィルム	透明樹脂	下層		上相		隨考
試料 No.	フィルム	パインダー	導電性 材料	バインダー	導電性 材料	
1	TAC	14	-	PVA	IP-11	実施例
2	TAC	14	-	PVA	IP-15	実施例
3	PET	14+バイロン	_	PVA	IP-4	実施例
4	PC	4	_	PVA	1P-11	実施例
5	PHHA	14	-	PVA	1P-11	実施例
6	TAC	14	_	PVA	IP-22	実施例
7	TACF	ゼラチン+DAC		PVA	IP-11	宴施例
8	PET	14+パイロン	Sn02	PVA	_	実施例
9	PC	4	IP-11	PVA	_	実施例
10	PMMA	14+A08	IP-15	PVA	_	実施例
11	TAC	14	_	HP-55	IP-3	実施例
12	TAC	14	_	PVA	IP-11	実施例
13	TAC	14	_	PVA	IP-11	実施例
14	TAC	14	_	PVA	IP-11	実施例
15	TAC	14	_	PVA	1P-11	実施例
16	TAC	14	-	PVA	IP-20	実施例
17	TAC	14	-	PVA	_	比較例
18	PET	14+バイロン	_	PVA	_	比較例
19	PC	14	_	PVA	_	比較例
20	PMMA	14	_	PVA	_	比較例
21	TAC	14	_		IP-11	比較例
22	TAC	14	-	-	IP-15	比較例
23	PET	14+バイロン	_		IP-4	比較例
24	TAC	14	_	_	IP-22	比較例
25	TAC	ケン化処理	_	_	-	比較例
26	PMMA	14+バイロン	_	_	IP-11	比較例
27	TACF	ゼラチン+DAC		PVA	_	比較例

[0170]

\* \*【表2】

G. W. 45 (D. 84)		保護フィルムの特性作製した偏光板の特性								
偏光板保護 フィルム 試料 No.	透過率	表面比抵抗	角電気特 ゴミ	性 プロテクトフィルム	液晶の 偏光子との接着性		<b>音性</b>	偏光板の	備考	
	%	Ω/cm	付着量	剥離後の帯電量(V)	異常表示	初期接着	加工性	耐久性	収率(%)	
1	92	1×10 <sup>10</sup>	0	50	なし	0	0	0	85	実施例
2	92	8×10 <sup>9</sup>	0	70	なし	0	0	0	85	実施例
3	89	7×10 <sup>9</sup>	0	40	なし	0	0	0	80	実施例
4	90	9×10 <sup>9</sup>	0	50	なし	0	0	0	83	実施例
5	92	1×10 <sup>10</sup>	0	100	なし	0	0	0	82	実施例
6	88	7×10 <sup>9</sup>	0	80	なし	0	0	4	85	実施例
7	91	2×10 <sup>11</sup>	0	200	なし	0	0	0	85	実施例
8	89	8×10 <sup>9</sup>	0	40	なし	0	0	0	80	実施例
9	90	5×10 <sup>10</sup>	0	110	なし	0	0	0	83	実施例
10	92	3×10 <sup>10</sup>	0	180	なし	0	0	0	83	実施例
11	92	1×10 <sup>10</sup>	0	80	なし	0	0	0	83	実施例
12	92	1×10 <sup>10</sup>	0	100	なし	0	0	0	85	実施例
13	92	1×10 <sup>10</sup>	0	120	なし	0	0	0	85	実施例
14	92	1×10 <sup>10</sup>	0	100	なし	0	0	0	86	実施例
15	92	1×10 <sup>10</sup>	0	80	なし	0	0	0	86	実施例
16	92	1×10 <sup>10</sup>	0	50	なし	0.	0	0	85	実施例

[0171]

		31						28		
偏光板保護		保護:	フィルム	の特性		作製した偏光板の特性				
フィルム		1	净電気特	性	***	/B#/2				1
試料 No.	透過率	表面比抵抗	ゴミ	プロテクトフィルム	液晶の 異常表示	1角兀つ	この技	潜性	<b>仮半(%)</b>	備考
	%	Ω/c=	付着量	剥離後の帯電量(V)	共市女小	初期接着	加工性	耐久性	(20)	
17	92	1014以上	×	1000	多い	0	0	0	50	比較例
18	89	1014以上	×	1300	多い	0	0	0	45	比較例
19	90	1014以上	×	1100.	多い	0	0	0	45	比較例
20	92	1×10 <sup>10</sup>	0	1500	なし	0	0	0	55	比較例
21	92	1×10 <sup>10</sup>	0	50	なし	×	×	×	45	比較例
22	92	8×10 <sup>9</sup>	0	50	なし	×	×	×	40	比較例
23	88	7×10 <sup>9</sup>	0	40	なし	×	×	×	40	比較例
24	92	8×10 <sup>9</sup>	0	40	なし	×	×	×	50	比較例
25	92	1014以上	×	2000	多い	0	0	0	65	比較例
26	92	7×10 <sup>9</sup>	0	40	なし	×	×	×		比較例
27	91	1014以上	×	1200	多い	0	0	0		比較例

【0172】表1、表2、表3から本発明の偏光板用保護フィルム試料は、偏光子との接着性(初期接着性、加工性、耐久性)が極めて良好であり、且つ、液晶パネル 20 に偏光板を組み込み、プロテクトフィルムを剥離除去した後の帯電量が少ないので液晶の異常表示(画像や文字などがぼけることを意味する)が全くなく、不良個所の\*

\* ない偏光板が高収率で得られることがわかる。 【0173】

【発明の効果】本発明により、優れた帯電防止能を有し、且つ、PVA偏光子膜との接着性が良好な偏光板用保護フィルム及びそれを用いることにより、液晶異常表示のない偏光板を提供することが出来た。

### フロントページの続き

F ターム(参考) 2HO49 BAO2 BB22 BB33 BB67

2H091 FA08X FA08Z FB02 FD06

GA16 GA17 LA07 LA30

4F100 AA17B AA17C AA18B AA18H

AA19B AA19H AA20B AA20H

AA21B AA21H AA25B AA25H

AA28B AA28H AJ01B AJ06A

AJO6B AJO6C AJO6D AJO8B

AJO8D AKO1A AKO1B AKO1D

AK21B AK24B AK25A AK41A AK45A AROOB BAO2 BAO3

BAO4 BAO7 BA10A BA10C

BA10D BA13 CA02B CA02C

The same same same

DEO1B GB90 JB05B JB05D

JGO1B JGO1C JGO4B JL11B

JNO1A YYOOA YYOOB

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
□ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
□ FADED TEXT OR DRAWING
□ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
□ SKEWED/SLANTED IMAGES
□ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
□ GRAY SCALE DOCUMENTS
□ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
□ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

□ OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.